

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 574 698**

②1 N° d'enregistrement national :

**84 19276**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : B 29 B 17/00, 9/02, 13/10; B 29 C 47/00 //  
B 29 K 21:00.

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 17 décembre 1984.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 25 du 20 juin 1986.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : *NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE OBIE-  
DINENIE « NORPLAST » et INSTITUT KHIMICHESKOI FI-  
ZIKI AKADEMII NAUK SSSR. — SU.*

⑦2 Inventeur(s) : N. S. Enikolopov, A. I. Nepomnyaschy, L.  
A. Filmakova, V. P. Krasnokutsky, L. I. Kurakin, E. L.  
Akopian, K. A. Markarian, S. S. Negmatov, S. K. Matkari-  
mov, J. A. Polivanov, P. P. Sherstnev et V. B. Pavlov.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Z. Weinstein.

⑤4 Procédé de fabrication de poudre de caoutchouc ou de poudre de produits de vulcanisation du caoutchouc et  
poudre obtenue par ledit procédé.

⑤7 L'invention concerne l'industrie du caoutchouc.

Le procédé faisant l'objet de l'invention, du type consistant  
à soumettre les matières de départ à un broyage et à l'action  
simultanée d'un effort de cisaillement, est caractérisé en ce  
que la matière de départ est précomprimée jusqu'à une pres-  
sion de 0,2 à 0,7 MPa, puis la matière ainsi précomprimée est  
broyée par action simultanée d'une pression de 0,2 à 50 MPa  
et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte  
de cisaillement de 0,03 à 5 N/mm<sup>2</sup>, avec chauffage jusqu'à  
une température de 80 à 250 °C, suivi d'un refroidissement  
jusqu'à 15 à 60 °C.

L'invention permet d'accroître la finesse de la poudre et de  
réduire les dépenses d'énergie comparativement aux procédés  
connus.

FR 2 574 698 - A1

La présente invention concerne le domaine de la transformation des déchets de caoutchouc et de produits de la vulcanisation du caoutchouc, et a notamment pour objet un procédé de fabrication de poudres de caoutchouc ou de poudres de produits de vulcanisation du caoutchouc.

Le grand développement de la production des produits techniques en caoutchouc, ainsi que de l'industrie du pneumatique et de la chaussure, entraîne l'accumulation de grandes quantités de déchets de caoutchouc (chutes et rebuts), qui ne trouvent aucune utilisation. En outre, les pneumatiques et les produits techniques de caoutchouc usés ne trouvent pas non plus d'emploi et s'accumulent en grandes quantités, en encombrant des surfaces utiles et en polluant l'environnement. Ceci a créé un problème urgent: celui de leur valorisation ou réutilisation.

Les déchets de l'industrie du caoutchouc et les pneumatiques et produits techniques de caoutchouc usés peuvent être valorisés, à condition de les transformer en poudre fine.

On sait qu'après avoir été utilisé, le caoutchouc, y compris le caoutchouc vulcanisé contenant des fibres câblées, peut, après broyage, être substitué au caoutchouc non vulcanisé, dans une proportion de 20 à 30% en masse, dans les mélanges de caoutchouterie pour la fabrication de nombreux produits. Le caoutchouc broyé (grosseur des particules  $< 500 \mu\text{m}$ ) n'altère pas les propriétés des produits finis, mais, au contraire, améliore certaines de ces propriétés, telles que, par exemple, la résistance à l'usure par abrasion et à la propagation des fissures. Toutefois, la fabrication des poudres fines de caoutchouc vulcanisés est liée à de grandes dépenses d'énergie.

On connaît un procédé de fabrication de poudres fines à partir de produits de caoutchouc usés, par

- pulvérisation cryogénique ("Chemical Technology",  
"Cryopulverizing", T. Nazy, R. Davis, 1976, 6,  
n° 3, pp. 200 à 203). Ce procédé consiste à refroidir  
au préalable le produit de départ jusqu'à de basses  
5 températures au moyen d'azote liquide ou de bioxyde  
de carbone solide, puis à le soumettre à l'action  
de charges percussives, ou à l'égruger par coupe. Ce  
procédé permet d'obtenir des poudres fines en  
particulier de moins de 500  $\mu$ m, mais requiert de  
10 grandes dépenses d'équipement liées à la nécessité  
d'inclure dans la chaîne de fabrication une installation  
de production d'azote liquide de grande puissance. La  
consommation d'azote s'élève à 5 kg par kilogramme de  
produit, et les dépenses d'énergie s'élèvent à 1500 kWh/t.
- 15 On connaît un procédé d'égrugeage de matières,  
dont le caoutchouc, présentant des propriétés d'élasticité,  
d'adhésivité et de tendance à l'agglomération, par  
broyage dans les broyeurs à lames en présence d'anti-  
agglomérants s'opposant au collage de la matière à  
20 pulvériser sur les parties coupantes (brevet Etats-Unis  
d'Amérique n° 3 190 565). Les agents antiagglomérants  
utilisés sont le polyéthylène ou le polypropylène en  
poudre, à grosseur de particules correspondant aux  
tamis normalisés à ouverture de maille d'au moins 0,42 mm  
25 (au moins 40 mesh), de préférence d'environ 0,149 mm à  
environ 0,074 mm (100 à 200 mesh). Toutefois, ce procédé  
ne permet pas d'obtenir des poudres fines. Il ne permet  
de produire que de gros granules de 0,6 à 0,9 cm.
- 30 On connaît un procédé de broyage de caoutchoucs au  
moyen d'un système de cylindres concasseurs et broyeurs,  
dans lesquels ils sont soumis à des efforts de cisaille-  
ment. Les particules de produit broyé ainsi obtenu ont  
des dimensions supérieures à 100  $\mu$ m (Rogov N.A.,  
"Fabrication de régénéré", Moscou, 1957, pp. 57 à 62).

Ce procédé permet de fabriquer une poudre plus fine, mais il requiert de grandes dépenses d'équipement. En outre, ce procédé ne permet pas de fabriquer des poudres de caoutchouc naturels ou synthétiques non vulcanisés.

5 On connaît aussi un procédé de fabrication de poudres de caoutchouc par broyage mécanique, au cours duquel on fait agir sur le produit des efforts de cisaillement (brevet Grande Bretagne 1.424.768). Ce  
10 procédé est mis en oeuvre dans un appareil du type à piston-plongeur, à l'intérieur duquel est monté un élément tournant ayant une section droite de forme ovale. Le produit est broyé dans l'intervalle minimal entre l'élément tournant et la paroi intérieure du corps de  
15 l'appareil.

Les inconvénients de ce procédé sont la discontinuité du broyage et l'absence de contrôle de la température pendant le broyage, ce qui est la cause de l'échauffement excessif du produit, de sa destruction et de l'agglomération de la poudre obtenue.

20 En outre, dans ce procédé, lors du broyage de produits en caoutchouc toilé, ou encore de pneumatiques, les fibres ne sont réduites qu'en particules de longueur  $\gg 50$  mm, alors que le caoutchouc est réduit jusqu'à  $200 \mu\text{m}$ ,  
25 c'est-à-dire que la poudre obtenue est non uniforme et nécessite une séparation complémentaire des fibres et du caoutchouc pour l'utilisation ultérieure de la poudre dans les mélanges de caoutchouterie.

L'invention vise par conséquent un procédé de fabrication d'une poudre de caoutchouc ou d'une poudre  
30 de produits de vulcanisation du caoutchouc, qui permettrait d'accroître la finesse de la poudre et de réduire les dépenses d'énergie comparativement aux procédés connus.

Ce but est atteint du fait que le procédé de fabrication d'une poudre de caoutchouc ou d'une poudre

de produits de vulcanisation du caoutchouc, du type dans lequel on fait agir un effort de cisaillement sur ces matériaux, est caractérisé, d'après l'invention, en ce que le matériau est précomprimé jusqu'à une pression de 0,2 à 0,7 MPa, puis le matériau ainsi précomprimé est broyé par action simultanée d'une pression de 0,2 à 50 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 0,03 à 5 N/mm<sup>2</sup>, avec chauffage jusqu'à 80-250°C, suivi d'un refroidissement jusqu'à 15-60°C.

Selon la nature et les propriétés physico-mécaniques du matériau à broyer, le cycle de chauffage-refroidissement peut être exécuté deux fois. Ceci accroît la finesse de la poudre obtenue.

Selon le matériau de départ utilisé, le broyage est exécuté en présence d'un additif tel que le polyéthylène. L'addition de polyéthylène se traduit elle aussi par un accroissement de la finesse de la poudre.

Le broyage peut s'effectuer en continu dans une extrudeuse à une ou plusieurs vis.

Le procédé faisant l'objet de l'invention permet de fabriquer, à partir de caoutchouc ou de produits de vulcanisation du caoutchouc, une poudre de grande finesse, dont la grosseur des particules ne dépasse pas 500  $\mu$ m, pour le caoutchouc non vulcanisé, et 300  $\mu$ m, pour les produits de vulcanisation du caoutchouc.

L'invention permet de valoriser des produits ayant accompli leur temps de service, par exemple des pneumatiques, ainsi que des déchets de la fabrication des pneumatiques, des chaussures de caoutchouc et des produits techniques en caoutchouc, par broyage de ces produits en poudre fine, celle-ci étant ensuite utilisée en tant que charge dans les mélanges de caoutchouterie.

L'invention sera mieux comprise et d'autres buts, détails et avantages de celle-ci seront mieux compris à la lecture

de la description qui va suivre de différents modes de mise en oeuvre du procédé de l'invention.

Le procédé est mis en oeuvre notamment dans une extrudeuse à une seule vis ou à deux vis, ayant au moins deux zones de température, chacune de ces zones pouvant se réchauffer ou se refroidir selon le régime thermique désiré. L'extrudeuse est alimentée en morceaux de caoutchouc vulcanisé ou non, grossièrement haché jusqu'à des dimensions ne dépassant pas de préférence 100x50x30 mm. D'abord, le produit est précomprimé sous une pression de 0,2 à 0,7 MPa, puis la matière précomprimée est broyée par action simultanée d'une pression de 0,2 à 50 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 0,03 à 5 N/mm<sup>2</sup>, avec chauffage jusqu'à 80-250°C, suivi d'un refroidissement jusqu'à 15 - 60°C. Le broyage de la matière dans ces conditions permet d'obtenir une poudre de grande finesse.

Le matériau de départ peut être un caoutchouc naturel ou synthétique non vulcanisé, ainsi que des produits de vulcanisation de celui-ci: produits ayant accompli leur temps de service, déchets (chutes, rebuts). La poudre fabriquée à partir de ces produits peut être utilisée en tant que charge dans les mélanges de caoutchouterie.

Pour accroître la finesse de la poudre d'un caoutchouc butyle vulcanisé ou non, il est avantageux d'y ajouter du polyéthylène. Le polyéthylène est introduit directement dans le matériau de départ dans une proportion de 0,5 à 20% en masse. Dans le présent procédé de broyage, le polyéthylène joue le rôle d'un agent synergétique, alors que dans le procédé connu (brevet Etats-Unis d'Amérique n° 3 190 565) le polyéthylène est employé pour saupoudrer les particules de poudre de caoutchouc et joue le rôle d'un agent antiagglomérant.

Le procédé faisant l'objet de l'invention ne requiert aucun équipement spécial et peut être réalisé dans une extrudeuse à une seule vis ou à deux vis. A l'issue du

broyage on obtient une poudre dont la grosseur des particules ne dépasse pas 500  $\mu$ m pour le caoutchouc non vulcanisé, et 300  $\mu$ m, pour le caoutchouc vulcanisé. Une telle finesse de la poudre est obtenue si tous les

5 paramètres de traitement indiqués plus haut sont respectés. L'abaissement de la limite inférieure de précompression du matériau, ainsi que de la pression et de l'effort de cisaillement, au-dessous des valeurs

10 limites préconisées par l'invention provoquent un accroissement de la dimension des particules de poudre, tandis que leur élévation au-dessus des valeurs maximales proposées par les inventeurs n'a aucun effet favorable supplémentaire, tout en accroissant les dépenses d'énergie et en abaissant le rendement du procédé. Les tempé-

15 ratures préconisées doivent aussi être respectées afin de ne pas nuire à la qualité de la poudre obtenue. L'action d'une température supérieure à 250°C sur le produit à broyer provoquerait la destruction du polymère, ce qui nuirait aux propriétés des produits fabriqués avec

20 utilisation d'une telle poudre en tant que charge. Après chauffage, la matière est refroidie jusqu'à 15-60°C. Le choix de ces limites s'explique par le fait que l'accroissement de la température au-dessus de 60°C provoque une plastification des particules et leur

25 agglomération, tandis que son abaissement au-dessous de 15°C entraîne des dépenses d'énergie supplémentaires.

Le procédé conforme à l'invention est continu. Il s'effectue en un seul stade et son emploi dans les conditions industrielles est facile.

30 Un autre avantage du procédé est que la dépense d'énergie pour sa mise en oeuvre est peu élevée. Ainsi, par exemple, la fabrication d'une tonne de poudre requiert 200 à 400 kWh, ce qui est de loin inférieur à la consommation d'énergie en cas de pulvérisation par le procédé

35 cryogénique, dans lequel les dépenses d'énergie s'élèvent

à 1500 kWh/t.

Un autre avantage important du procédé proposé consiste en ce qu'il permet de transformer en poudre fine des produits en caoutchouc ayant accompli leur temps de service prévu, ainsi que les déchets de caoutchouc. La poudre obtenue peut être utilisée pour préparer les mélanges de caoutchouterie. De la sorte, l'invention résout le problème de la valorisation des pneumatiques ou autres produits en caoutchouc hors d'usage, ainsi que des déchets de fabrication de pneumatiques, de produits techniques en caoutchouc, de chaussures, utilisant le caoutchouc et les produits de vulcanisation du caoutchouc. L'invention contribue ainsi à diminuer la pollution de l'environnement.

Grâce au fait que le procédé permet de transformer les déchets de caoutchouc en obtenant une poudre qui est recyclée dans les fabrications principales en tant que charge pour les mélanges de caoutchouterie, il constitue un apport à la création de méthodes de production sans déchets dans l'industrie du caoutchouc.

Pour une meilleure compréhension de l'invention, on donne ci-après plusieurs exemples concrets mais non limitatifs de mise en oeuvre du procédé de l'invention.

#### EXEMPLE 1.

Une extrudeuse à deux vis, ayant deux zones de température, est alimentée en caoutchouc polyisoprène vulcanisé ayant accompli son temps de service et se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas 100x50x30mm. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,3 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 25 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de  $2,5 \text{ N/mm}^2$ , à une température de 160°C dans la première zone, et de 30°C, dans la seconde.



La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 30% en masse de particules de grosseur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 50% en masse de particules de grosseur allant de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 20 % en masse de particules de grosseur allant de 100 à 200  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 2.

Le procédé est réalisé comme indiqué dans l'exemple 1, sauf que l'extrudeuse est alimentée en déchets de fabrication de produits techniques en caoutchouc à base de caoutchouc naturel.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 27% en masse de particules de grosseur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 45% en masse de particules de grosseur allant de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 28% en masse de particules de 100 à 250  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 3.

Le procédé est réalisé comme indiqué dans l'exemple 1, sauf que l'extrudeuse est alimentée en déchets de fabrication de produits techniques en caoutchouc styrène-butadiène.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 23% en masse de particules de grosseur inférieure 50  $\mu\text{m}$ , 54% en masse de particules de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 23% en masse de particules de 100 à 200  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 4.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en caoutchouc polychloroprène ayant accompli son temps de service prévu et se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas 100x50x30 mm. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,4 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 15 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 5,0 N/mm<sup>2</sup>, à une température de 210°C dans la première zone, et de 30°C, dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 20% en masse de particules de grosseur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 26% en masse de particules de grosseur allant de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 45% en masse de particules de grosseur allant de 100 à 250  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 5.

Le procédé est réalisé comme indiqué dans l'exemple 1, sauf que l'extrudeuse est alimentée en mélange vulcanisé de caoutchouc naturel, de caoutchouc styrène-butadiène et de caoutchouc polychloroprène dans des proportions quelconques.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 20% en masse de particules de grosseur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 70% en masse de particules de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 10% en masse de particules de 100 à 250  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 6.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en caoutchouc nitrile ayant accompli son temps de service prévu et se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas 100x50x30 mm. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,3 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 1,5 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 0,03 N/mm<sup>2</sup>, à une température de 180°C dans la première zone et de 40°C dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 4% en masse de particules d'une grosseur inférieure à 50  $\mu\text{m}$ , 17% en masse de particules de 50 à 100  $\mu\text{m}$ , et 79% en masse de particules de 100 à 300  $\mu\text{m}$ .

EXEMPLE 7.

Une extrudeuse à une seule vis, ayant quatre zones de température, est alimentée en caoutchouc styrène-butadiène ayant accompli son temps de service prévu et se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas

100x50x30 mm. Dans l'extrudeuse, le produit est pré-comprimé jusqu'à une pression de 0,7 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 25 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 3,2 N/mm<sup>2</sup>, à une température de 180°C dans la première zone, de 60°C dans la seconde, de 120°C dans la troisième, et de 15°C dans la quatrième.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 24% en masse de particules de grosseur inférieure à 50 μm, 14% en masse de particules de 50 à 100 μm, et 62% en masse de particules de 100 à 300 μm.

#### EXEMPLE 8.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en caoutchouc toilé contenant 15% en masse de fibres. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,5 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 30 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 2,5 N/mm<sup>2</sup>, à une température de 80°C dans la première zone, et de 20°C, dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 20% en masse de particules de caoutchouc et 10% en masse de particules de fibres de dimension inférieure à 50 μm, 30% en masse de particules de caoutchouc et 50% en masse de particules de fibres de 50 à 100 μm, 50% en masse de particules de caoutchouc et 40% en masse de particules de fibres de 100 à 200 μm.

#### EXEMPLE 9.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en caoutchouc butyle vulcanisé se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas 100x50x30 mm, et en polyéthylène dans une proportion en masse de 0,5%.

Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,5 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 5 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de  $1 \text{ N/mm}^2$ , à une température de  $150^\circ\text{C}$  dans la première zone, et de  $40^\circ\text{C}$ , dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 5% en masse de particules d'une grosseur inférieure à  $50 \mu\text{m}$ , 15% en masse de particules de  $50$  à  $100 \mu\text{m}$ , 18% en masse de particules de  $100$  à  $200 \mu\text{m}$ , 20% en masse de particules de  $200$  à  $300 \mu\text{m}$  et 42% en masse de particules de  $300$  à  $500 \mu\text{m}$ .

#### EXEMPLE 10.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en morceaux de caoutchouc non vulcanisé à base de copolymère styrène-acrylonitrile (74:26% en masse), et en polyéthylène dans une proportion de 20% en masse. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,3 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 10 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de  $1,3 \text{ N/mm}^2$ , à une température de  $120^\circ\text{C}$  dans la première zone, et de  $30^\circ\text{C}$ , dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 15% en masse de particules de grosseur allant de  $50$  à  $100 \mu\text{m}$ , 25% en masse de particules de  $100$  à  $200 \mu\text{m}$ , 25% en masse de particules de  $200$  à  $300 \mu\text{m}$ , et 35% en masse de particules de  $300$  à  $500 \mu\text{m}$ .

#### EXEMPLE 11.

L'extrudeuse à deux vis indiquée dans l'exemple 1 est alimentée en caoutchouc butyle ayant accompli son temps de service et se présentant en morceaux de dimensions ne dépassant pas  $100 \times 50 \times 30 \text{ mm}$ , et en polyéthylène

à un taux en masse de 10%. Dans l'extrudeuse, le produit est précomprimé jusqu'à une pression de 0,7 MPa, puis il est soumis à l'action simultanée d'une pression de 3,5 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte  
5 de cisaillement de  $1,5 \text{ N/mm}^2$ , à une température de  $160^\circ\text{C}$  dans la première zone, et de  $30^\circ\text{C}$ , dans la seconde.

La poudre obtenue a la composition granulométrique suivante: 6 % en masse de particules de grosseur inférieure à  $50 \mu\text{m}$ , 10% en masse de particules de 50 à  $100 \mu\text{m}$ , 13%  
10 en masse de particules de 100 à  $200 \mu\text{m}$ , 36% en masse de particules de 200 à  $300 \mu\text{m}$ , et 35% en masse de particules de 300 à  $500 \mu\text{m}$ .

## R E V E N D I C A T I O N S

=====

1. Procédé de fabrication d'une poudre de caoutchouc ou d'une poudre de produits de vulcanisation du caoutchouc, par broyage et action simultanée d'un effort de cisaillement sur les matières de départ, caractérisé en ce que la matière  
5 de départ est précomprimée jusqu'à une pression de 0,2 à 0,7 MPa, puis la matière ainsi précomprimée est broyée par action simultanée d'une pression de 0,2 à 50 MPa et d'un effort de cisaillement correspondant à une contrainte de cisaillement de 0,03 à 5 N/mm<sup>2</sup>, avec chauffage jusqu'à une  
10 température de 80 à 250°C, suivi d'un refroidissement jusqu'à 15 à 60°C.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le cycle de chauffage-refroidissement est exécuté deux fois.

15 3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que les matières de départ sont additionnées de polyéthylène dans une proportion de 0,5 à 20% en masse.

20 4. Procédé selon l'une des revendications 1, 2 et 3, caractérisé en ce qu'il est réalisé en continu dans une extrudeuse à une ou plusieurs vis.

5. Poudre de caoutchouc ou de produits de vulcanisation du caoutchouc, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par le procédé suivant l'une des revendications 1, 2, 3 et 4.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**